

15.01.03

日 本 国 特 許 庁

JAPAN PATENT OFFICE

RECEIVED

07 FEB 2003

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 1月16日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-007457

[ST.10/C]:

[JP2002-007457]

出 願 人

Applicant(s):

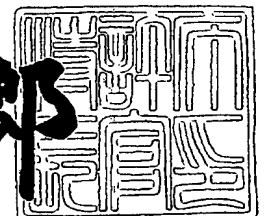
花王株式会社

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2002年12月17日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2002-3099502

BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 101K0263

【提出日】 平成14年 1月16日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C08L 95/00

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊1 3 3 4 花王株式会社研究所内

    【氏名】 本間 祐一

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊1 3 3 4 花王株式会社研究所内

    【氏名】 玉置 良市

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊1 3 3 4 花王株式会社研究所内

    【氏名】 向井 敬

【特許出願人】

    【識別番号】 000000918

    【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100063897

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 古谷 馨

    【電話番号】 03(3663)7808

【選任した代理人】

    【識別番号】 100076680

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 溝部 孝彦

【選任した代理人】

    【識別番号】 100087642

    【弁理士】

【氏名又は名称】 古谷 聡

【選任した代理人】

【識別番号】 100091845

【弁理士】

【氏名又は名称】 持田 信二

【選任した代理人】

【識別番号】 100098408

【弁理士】

【氏名又は名称】 義経 和昌

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010685

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

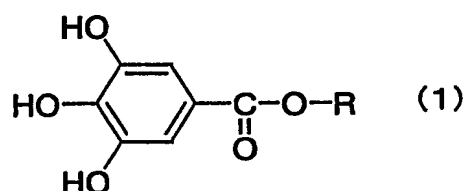
【発明の名称】 加熱アスファルト用添加剤

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記 (I) 及び／又は (II) を含有する加熱アスファルト用添加剤。

(i) 下記一般式(1)で表される化合物

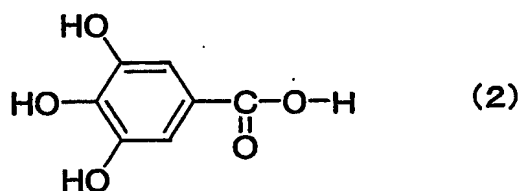
【化 1】



【式中、Rは炭素数8～22の炭化水素基を表わす。】

(II) 下記一般式(2)で表される化合物及び一般式(3)で表される化合物

【化 2】



【請求項 2】 請求項 1 記載の添加剤を100～300℃に加熱されたアスファルトに配合してなる加熱アスファルト組成物。

【請求項 3】 請求項 1 記載の添加剤と100～300℃に加熱されたアスファルトを含有する加熱アスファルト組成物であって、前記添加剤をアスファルトに対して0.005～3重量%含有する加熱アスファルト組成物。

【請求項 4】 請求項 1 記載の添加剤をアスファルトに添加するアスファル

トの剥離防止方法であって、前記添加剤が水を含有しない剥離防止方法。

【請求項5】 請求項1記載の添加剤を、100～300℃に加熱されたアスファルトに対して0.005～3重量%添加するアスファルトの剥離防止方法。

【請求項6】 請求項1記載の添加剤を、100～300℃に加熱されたアスファルトに対して0.005～3重量%添加する加熱アスファルト組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、道路舗装等に使用する加熱アスファルト用の添加剤に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

石油から得られるアスファルトは道路舗装材料、ルーフィング材料、防水材料等々に使用されるがその中でも特に道路舗装材料への需要が大きい。加熱アスファルト道路舗装には骨材とアスファルトを加熱混合し施工するが、無極性で疎水性のアスファルトは、親水性の骨材へは付着が充分でなく、降雨や地下水などの水の介入作用によってアスファルトが骨材から剥離するという欠点を潜在的にもっている。

【0003】

このようにアスファルトと骨材の付着性の改善は、加熱アスファルト舗装の性能向上のため極めて重要な問題であり、その解決のため従来種々の方法が考案されている。

【0004】

たとえば、特開2001-2928号公報では、この対策として高級脂肪族ポリアルキレンポリアミンとカルボキシル基を有する変性ポリオレフィン樹脂の塩とを用いている。しかし、この技術では、加熱アスファルトへ添加した初期の付着性は改良されるが、高温でこのアスファルトを保存しておくと4～7日で剥離防止する効果が低減するといった問題がある。

【0005】

また、特開昭60-188462号公報では、上記問題点を解決する方法として、特定

の酸性有機リン化合物が効果的であるとしているが、上述の従来提案されてきた他の添加剤に比較し付着性、剥離効果は向上しているものの、市場が要求する即効性という点で改善の余地を残している。

## 【0006】

近年では、アスファルトや骨材の品質低下が懸念される一方、資源の有効利用の観点から、舗装廃材を利用する再生工法も提案されているが、この場合には品質の低下したアスファルトを使用するので、強固な付着が期待できない。

## 【0007】

このように、加熱アスファルトと骨材を用いた道路舗装材では、アスファルトの改質がますます強く望まれる傾向にあるが、未だ上述した問題点及び市場が要求する諸性能をすべて解消できる手段は開発されていない。

## 【0008】

また、特開平9-157530号公報には、没食子酸及び／又は没食子酸誘導体を含有するアスファルト乳剤が記載されているが、これはアスファルト乳剤系に関する技術であり、水を含有しない加熱アスファルトを用いた系についてのものではない。

## 【0009】

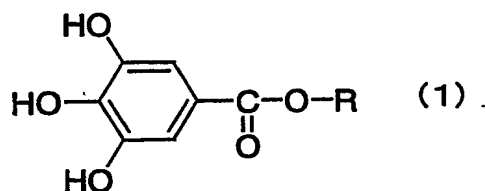
## 【課題を解決するための手段】

本発明は、下記（I）及び／又は（II）を含有する加熱アスファルト用添加剤に関する。

（i）下記一般式（1）で表される化合物

## 【0010】

## 【化3】



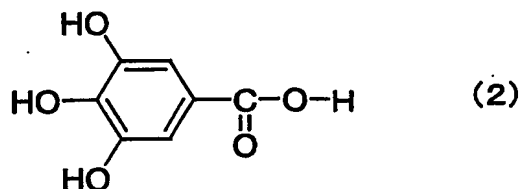
〔式中、Rは炭素数8～22の炭化水素基を表わす。〕

【0011】

(II) 下記一般式(2)で表される化合物及び一般式(3)で表される化合物

【0012】

【化4】



R-OH (3)

【0013】

また、本発明は、上記本発明の添加剤を100～300℃に加熱されたアスファルトに配合してなる加熱アスファルト組成物に関する。

【0014】

また、本発明は、上記本発明の添加剤と100～300℃に加熱されたアスファルトを含有する加熱アスファルト組成物であって、前記添加剤をアスファルトに対して0.005～3重量%含有する加熱アスファルト組成物に関する。

【0015】

また、本発明は、上記本発明の添加剤をアスファルトに添加するアスファルトの剥離防止方法であって、前記添加剤が水を含有しない剥離防止方法に関する。

【0016】

また、本発明は、上記本発明の添加剤を、100～300℃に加熱されたアスファルトに対して0.005～3重量%添加するアスファルトの剥離防止方法に関する。

【0017】

また、本発明は、上記本発明の添加剤を、100～300℃に加熱されたアスファルトに対して0.005～3重量%添加する加熱アスファルト組成物の製造方法に関する。

【0018】

## 【発明の実施の形態】

本発明の加熱アスファルト用添加剤に用いられる一般式(1)の化合物は、ベンゼン環に置換する-OH基を有する。本発明では、一般式(1)の化合物は単独で用いてもよく、又2種以上を併用することもできる。。

【0019】

また、本発明のアスファルト用添加剤に用いられる一般式(2)で表される化合物及び一般式(3)で表される化合物は、それぞれ別途用意されたものを併用することもできる。

【0020】

一般式(1)又は(3)中のRは炭素数8～22の炭化水素基であり、飽和又は不飽和、分岐又は直鎖のいずれでもよく、好ましくは炭素数10～20の炭化水素基、さらに好ましくは、炭素数10～18の炭化水素基である。このような炭化水素基としては、例えば、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ペンタデシル、ヘキサデシル、ヘプタデシル、オクタデシル、ノナデシル、エイコシル、ステアシル、ラウリル、ミリスチル、ニエチルヘキシル、等のアルキル基があり、オクチルフェニル、ノニルフェニル、デシルフェニル、ドデシルフェニル、トリデシルフェニル、テトラデシルフェニル等のアルキルフェニル基がある。Rは炭素数8～22のアルキル基もしくはアルケニル基又はアルキルフェニル基が好ましく、炭素数10～18の直鎖のアルキル基がより好ましい。

【0021】

一般式(1)の化合物の製造方法は特に限定されるものではないが、炭素数8～22の飽和又は不飽和、分岐鎖又は直鎖のアルコールあるいはアルキルフェノールに、強酸触媒の存在下、加水分解可能なタンニン物質に含有されている没食子酸を、100℃以上の高温下で反応させる方法が挙げられる。タンニン物質としては、例えば五倍子、没食子、スマック、タラ、バロニア、チェスナット、ミロバラン、オーク、ディビディビ、アルガロピアなどの縮合型タンニンである。強酸としてはなるべく無水の形の例えば硫酸、塩化水素、p-トルエンスルホン酸が適



する。強酸触媒を使用しないでも製造する事は可能であるが、その場合は長い反応時間が必要となる。

#### 【 0 0 2 2 】

一般式(1)で表される化合物を含有する本発明のアスファルト添加剤がアスファルト添加後に付着性と剥離防止効果を速やかに発現する理由は、必ずしも明確ではないが、一般式(1)で表される化合物中の-OH基と骨材表面のSi基とが水素結合することによるものと考えられる。また、一般式(1)で表される化合物は、アスファルトとの混合性が良好であるため、骨材とアスファルトの結合が強固になると考えられる。また、一般式(2)で表される化合物と一般式(3)で表される化合物を併用した場合も、一般式(2)の化合物と一般式(3)の化合物が加熱アスファルト中で反応して、一般式(1)の化合物を生成し、効果を発揮するものと考えられる。

#### 【 0 0 2 3 】

なお、一般式(2)の化合物と一般式(3)の化合物を併用する場合、両者の重量比は、 $(2)/(3) = 90/10 \sim 10/90$ 、更に $70/30 \sim 30/70$ 、特に $60/40 \sim 40/60$ が好ましい。

#### 【 0 0 2 4 】

本発明の添加剤は、アスファルトに対して好ましくは0.01～3重量%、より好ましくは0.02～2重量%、さらに好ましくは0.05～1.5重量%の比率でアスファルトに添加される。この範囲の添加量では、優れたアスファルト-骨材間の付着性と剥離防止効果が発揮される。

#### 【 0 0 2 5 】

本発明の添加剤のアスファルトへの添加方法は、特に限定されるものではないが、たとえば、100～250℃に加熱溶融したアスファルトに攪拌下、所定量添加すればよい。また、本発明の添加剤はアスファルトへの溶解性、親和性が良く、熱対流あるいは運搬時の振動程度で充分均一混合されるため、攪拌はなくても良いが、即効性を要求されるときは攪拌して混合することが好ましい。

#### 【 0 0 2 6 】

本発明の加熱アスファルト用添加剤に、各種脂肪族アミンを併用することでも

きる。これらは分子中に窒素原子を有することにより、初期のアスファルトの骨材への濡れ性をさらに向上させる目的で使用される。脂肪族アミンとしては、牛脂プロピレンジアミンに代表される高級脂肪族ポリアミン及びその誘導体、アルキルヒドロキシアミン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等のアルキロールアミンなどがある。

## 【0027】

なお、本発明の添加剤においては、一般式(1)で表される化合物、及び／又は一般式(2)で表される化合物と一般式(3)で表される化合物の合計の比率がアスファルトに対して0.005～3重量%、更に0.01～2重量%、特に0.03～1重量%であることが好ましい。この範囲でアスファルトと骨材との剥離防止が顕著となる。

## 【0028】

また、本発明の添加剤は、本発明の効果を損なわない範囲であれば水をごく少量含有していてもよいが、加熱したアスファルトに添加するという観点から、好ましくは水を含有しない状態で使用されることである。

## 【0029】

本発明において使用されるアスファルトとしては、石油ストレートアスファルト、セミブローンアスファルト、カットバックアスファルト、天然アスファルト、石油タール、ピッチあるいは溶剤脱瀝から生成した瀝青質を、道路舗装用アスファルトの規格に適するように軟化剤を入れて製造したアスファルトがある。さらに、上記のアスファルトに天然ゴム類、スチレン・ブタジエン共重合体、クロロプレン重合体などの合成ゴム類、熱可塑性エラストマー類、エチレン、酢酸ビニル、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル、スチレンの単独重合体あるいはこれらを組み合わせた共重合体類などを添加し、アスファルトのコンシステンシーを大きくした改質アスファルトにも使用できる。これらは、100～300℃で用いることができ、通常160～250℃、更に180～220℃に加熱して用いられる。

## 【0030】

本発明の加熱アスファルト組成物にはそれぞれの目的に応じて、炭酸カルシウム、消石灰、セメント、活性炭などの無機充填材及び有機充填材、石油樹脂、低分子ポリエチレンなどの石油系軟化剤、オレイン酸などの植物油系軟化剤、各種

の可塑剤及びイオウなどを添加することができる。

#### 【0031】

本発明の加熱アスファルト組成物は、道路舗装材料、ルーフィング材料、防水材料等に使用できるが、剥離防止性能が優れることから、その中でも特に道路舗装材料に好適である。

#### 【0032】

##### 【実施例】

アスファルト舗装要綱（日本道路協会発行）に記載のアスファルト皮膜の剥離試験に準じて、以下に示す方法でアスファルトと骨材の剥離性について試験した。

#### 【0033】

##### （剥離試験法）

宝塚産の骨材（石英斑岩）と葛生産の骨材（石灰岩）のうち、13mmフルイを通過し5mmフルイに止まる粒度のものを各々100gをとり、よく洗浄し次に300mlの金属製容器に入れて乾燥させる。これを予め150℃の温度に保ってある恒温乾燥機に入れて1時間加熱する。一方、アスファルト組成物を180℃の恒温乾燥機中で所定時間（2時間又は48時間）加熱した後、その5.5gを上記の骨材に加える。これをアスファルトが完全に砕石表面を被覆するように2～3分ヘラで良く攪拌する。次にこれをガラス板上に広げ1時間放置し室温まで冷却してアスファルトを硬化させる。上記の被覆骨材を、80℃に保った恒温水槽の温水中に60分間浸漬し30分後に冷却した後、室温で乾燥し、上方より被覆骨材の状態を肉眼で観察し、試験開始時におけるアスファルト組成物皮膜の面積を基準として剥離したアスファルト組成物皮膜の面積百分率を求めた。これを剥離率として表す。

#### 【0034】

##### 実施例

180℃で加熱溶融したアスファルトと表1に記載の化合物を所定量加え、180℃でタービン型攪拌羽根を用いて、均一になるまで1～3分間混合することにより、アスファルト組成物を得た。得られたアスファルト組成物について、上記の剥離試験を行い、その結果を表1に示した。

#### 【0035】

【表 1】

		加熱アスファルト用添加剤	添加量* (重量%)	剥離面積(%)			
				石英斑岩		石灰岩	
				2時間	48時間	2時間	48時間
本発明品	1	ラウリルアルコール没食子酸エステル	0.2	0	<5	0	0
	2	ミリスチルアルコール没食子酸エステル	0.2	0	<5	0	0
	3	ドデカノール没食子酸エステル	0.2	0	5	0	<5
	4	ステアリルアルコール没食子酸エステル	0.03	0	5	0	<5
	5	ステアリルアルコール没食子酸エステル	0.3	0	0	0	0
	6	オレイルアルコール没食子酸エステル	0.3	<5	5	<5	<5
	7	セチルアルコール没食子酸エステル	0.2	<5	5	<5	<5
	8	オクチルアルコール没食子酸エステル	0.2	<10	10	<10	10
	9	ヤシ油アルコール没食子酸エステル	0.2	0	<5	0	<5
	10	ノニルフェノール没食子酸エステル	0.2	<5	5	<5	<5
	11	ステアリルアルコール没食子酸エステル トリエチレンテトラミン	0.2 0.05	0	5	0	<5
	12	没食子酸 ステアリルアルコール	0.1 0.1	0	20	0	20
	13	ステアリルアルコール没食子酸エステル	0.01	10	20	10	20
比較品	1	無添加	—	60	80	40	70
	2	没食子酸	0.5	60	80	35	70
	3	ステアリルアルコール	0.5	60	60	40	50
	4	リン酸	0.5	10	20	10	20
	5	ステアリルリン酸エステル	0.1	20	60	20	30
	6	牛脂アルキルプロピレンジアミン	0.5	10	30	10	20
	7	牛脂アルキルプロピレンジアミン エチレンオキサイド平均3モル付加物	0.5	20	60	10	50
	8	オレイルアミノエチルイミダゾリン	0.5	10	60	10	40
	9	1-アミノエチル-2- ヘプタデセニルイミダゾリン-2	0.5	20	70	10	50
	10	オレイルアミノエチルイミダゾリン	0.2	20	70	20	60

\*アスファルトに対する重量%

【0036】

表1に示すように、本発明品の加熱アスファルト用添加剤を含有する加熱アスファルト組成物は、酸性岩及び塩基性岩のいずれの骨材に対しても強固な付着性

を示し、長時間の加熱条件を受けても効果を失うことがない。また、アスファルトとの混合時間を非常に短くしても付着性、剥離防止効果は従来使用されていたものよりもよく、即効性が充分発揮されていることがわかる。

## 【 0 0 3 7 】

更に本発明品では、添加量が0.01重量%でも比較品を0.5重量%添加した場合と同等以上の効果が得られることがわかる。

## 【 0 0 3 8 】

## 【発明の効果】

本発明の加熱アスファルト用添加剤は、加熱アスファルトと骨材の付着を強固にする。その結果、加熱アスファルト舗装で極めて優れた剥離防止効果を発現させることが可能となる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 アスファルトと骨材との剥離防止効果を一段と向上できる加熱アスファルト用の添加剤を提供する。

【解決手段】 特定の没食子酸エステル等を含有する加熱アスファルト用添加剤。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

氏 名 花王株式会社